1,3,5-TRIS(4-(N-CARBAZOLYL)PHENYL)BENZENE DERIVATIVE

Patent number:

JP6312979

Publication date:

1994-11-08

Inventor:

SHIROTA YASUHIKO; INADA HIROSHI

Applicant:

BANDO CHEMICAL IND

Classification:

- international: C07D209/86: C09K3/00: C09K9/00:

C09K11/00; C07D209/00; C09K3/00; C09K9/00; C09K11/00; (IPC1-7): C09K3/00; C09K9/00; C09K11/00;

C07D209/86

- european:

Application number: JP19930104532 19930430 Priority number(s): JP19930104532 19930430

Report a data error here

Abstract of JP6312979

PURPOSE:To obtain a new compound, capable of keeping an amorphous state at ordinary temperature, readily formable into a thin film, excellent in heat resistance and stability and useful as a photoelectric converting element, etc. CONSTITUTION: The compound is expressed by the formula [Ra to Rf are H, alkyl, aryl or aralkyl; (a) to (f) are 1-41, e.g. 1,3,5-tris[4-(N-carbazolyl) phenyl]benzene. Furthermore, this compound expressed by the formula is obtained by subjecting, e.g. 1,3,5-tris (4-iodophenyl)benzene and a carbazole derivative to the Ullmann reaction.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-312979

(43)公開日 平成6年(1994)11月8日

(51)IntCl. ⁵	庁内整理番号 9284-4C	FI	技術表示箇所
	9155-4H		
С	9155-4H		
Е	7188-4H		
11/00 F	9159-4H		
		審査請求	未請求 請求項の数2 OL (全 5 頁)
特願平5-104532		(71)出願人	000005061
			パンドー化学株式会社
平成5年(1993)4月	₹30日		兵庫県神戸市兵庫区明和通3丁目2番15号
		(72)発明者	城田 靖彦
			大阪府豊中市大黒町3-5-7
		(72)発明者	稲田 宏
			京都府長岡京市今里細塚16-10
		(74)代理人	弁理士 牧野 逸郎
	A C E F	9284-4C A 9155-4H C 9155-4H E 7188-4H F 9159-4H	9284-4C A 9155-4H C 9155-4H E 7188-4H F 9159-4H F 9159-4H 審査請求 特願平5-104532 (71)出願人 平成5年(1993)4月30日 (72)発明者

(54) 【発明の名称】 1,3,5-トリス [4-(N-カルバゾリル)フェニル] ペンゼン誘導体

(57)【要約】

【目的】常温でアモルフアス状態を保持することができ、170℃以上のガラス転移点を有し、かくして、それ自体で薄膜化することができ、しかも、そのアモルフアス膜が常温で極めて安定であつて、光電変換素子、サーモクロミツク素子、光メモリー素子、エレクトロルミネツセンス素子における正孔輸送層のための有機化合物等として有用な新規化合物を提供するにある。

【構成】本発明による化合物は、一般式 【化1】

(式中、Ra (aは1~4の整数を示す。)、Rb (bは1~4の整数を示す。)、Rc (cは1~4の整数を示す。)、Re (eは1~4の整数を示す。)、Re (eは1~4の整数を示す。)及びRf (fは1~4の整数を示す。)は、それぞれ独立に水素、アルキル基、アリール基又はアラルキル基を示す。)で表わされる1,3,5ートリス (4-(N-h)) ((N-h) ((N

*【化1】

1

【特許請求の範囲】 【請求項1】一般式(1)

(式中、Ra (aは1~4の整数を示す。)、Rb (bは1 ~4の整数を示す。)、Rc (cは1~4の整数を示 ~4の整数を示す。) 及びRf (fは1~4の整数を示 す。)は、それぞれ独立に水素、アルキル基、アリール 基又はアラルキル基を示す。) で表わされる1,3,5-ト リス〔4 - (N-カルパゾリル) フェニル〕ペンゼン誘 導体。

【請求項2】1,3,5-トリス〔4-(N-カルパゾリ ル)フェニル)ベンゼン。

【発明の詳細な説明】

[0001]

態を保持することができ、かくして、それ自体で薄膜化 することができ、光電変換素子、サーモクロミツク素 子、光メモリー素子等として有用であり、また、エレク トロルミネツセンス素子における正孔輸送層を形成する ための有機化合物として有用な新規化合物である1.3.5 -トリス〔4-(N-カルパゾリル)フェニル〕ベンゼ ン誘導体に関する。

[0002]

【従来の技術】従来、光を照射することによつて導電性 す。)、Rd (dは $1\sim4$ の整数を示す。)、Re (eは1 20 や電荷生成等を生じる所謂光・電子機能を有する低分子 量有機化合物は、それ自体では、薄膜形成能をもたない ので、薄膜を形成するためには、パインダー樹脂に分散 させて(従つて、希釈した状態で)、基材上に塗布し、 薄膜化することが必要である。

2

[0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、かかる従来 の光・電子機能を有する低分子量有機化合物と異なり、 常温でアモルフアス状態、即ち、ガラス状態を保持する ことができ、従つて、パインダー樹脂を用いることな 【産業上の利用分野】本発明は、常温でアモルフアス状 30 く、真空蒸着法によつてそれ自体で大面積に薄膜化する ことができる新規な光・電子機能を有する低分子量有機 化合物を提供することを目的とする。

[0004]

【課題を解決するための手段】本発明によつて、一般式 (I)

[0005]

【化2】

—854—

【0006】 (式中、Ra (aは1~4の整数を示 す。)、Rb(bは1~4の整数を示す。)、Rc(cは1 ~4の整数を示す。)、Rd (dは1~4の整数を示 す。)、Re (eは1~4の整数を示す。) 及びRf (fは 1~4の整数を示す。)は、それぞれ独立に水素、アル 20 キル基、アリール基又はアラルキル基を示す。) で表わ される1,3,5-トリス(4-(N-カルパゾリル)フェ ニル〕ベンゼン誘導体が提供される。

【0007】本発明において、上記Ra(aは1~4の整 数を示す。)、Rb (bは1~4の整数を示す。)、Rc (cは1~4の整数を示す。)、Rd(dは1~4の整数 を示す。)、Re (eは1~4の整数を示す。) 及びRf (fは1~4の整数を示す。)は、それぞれ独立に水 素、アルキル基、アリール基又はアラルキル基を示し、 アルキル基の場合は、好ましくは、メチル基、エチル 基、プロビル基、プチル基等の低級アルキル基、アリー ル基の場合は好ましくはフェニル基を、また、アラルキ ル基の場合は、好ましくはペンジル基等を示す。特に、 本発明においては、Ra、Rb、Rc、Rd、Re及びRfは、好ま しくはすべてが水素である。

【0008】従つて、本発明によれば、好ましい態様と して、1,3,5-トリス〔4-(N-カルパゾリル)フェ ニル〕ベンゼンが提供される。本発明による1,3,5-ト リス〔4 - (N-カルパゾリル)フェニル〕ペンゼン誘 ル)ペンゼンとカルパゾール誘導体とのウルマン反応に よつて得ることができる。即ち、1,3,5-トリス(4-ヨードフェニル) ペンゼンとカルパゾール誘導体とを塩 基及び銅粉の存在下に溶剤中で加熱反応させればよい。

【0009】塩基としては、水酸化カリウム、水酸化ナ トリウム等のアルカリ金属水酸化物が好ましく用いら れ、また、溶剤としては、炭化水素、例えば、デカリン が好ましく用いられるが、これに限定されるものではな い。反応終了後、得られた反応混合物を室温まで冷却 し、熱溶剤(好ましくは熱芳香族炭化水素)にて抽出

し、これをシリカゲルクロマトグラフイーと再結晶法に て精製すれば、目的とする1.3.5 - トリス〔4 - (N-カルパゾリル)フェニル〕ベンゼン誘導体を得ることが できる。

【0010】本発明による化合物が非晶質で異方性をも たないアモルフアス状態にあることは、例えば、ガラス 転移温度を有することや、粉末X線回折において明確な ピークを示さないこと等によつて立証される。

[0011]

【発明の効果】本発明によつて、新規化合物である1,3, 5-トリス (4-(N-カルパゾリル) フェニル) ベン ゼン誘導体、特に、1,3,5-トリス [4-(N-カルバ ゾリル)フェニル〕ベンゼンが提供される。この化合物 は、真空蒸着法等の適宜の手段によつて、常温で安定な 30 アモルフアス膜に形成することができ、それ自体で大面 **積に薄膜化させることができる。しかも、本発明による** 化合物は、構造が剛直であつて、ガラス転移点が170 ℃以上であるので、そのアモルフアス膜は、耐熱性にす ぐれており、室温で極めて安定であつて、結晶化しな

【0012】本発明による化合物は、このように、常温 でそれ自体で薄膜化することができ、光電変換素子、サ ーモクロミツク素子、光メモリー素子等として有用であ り、また、エレクトロルミネツセンス素子における正孔 導体は、一般に、1,3,5ートリス(4-ヨードフェニ 40 輸送層を形成するための有機化合物等としても有用であ る。

[0013]

【実施例】

(1,3,5-トリス(4-(N-カルパゾリル)フェニ ル) ベンゼンの合成) 1,3,5 - トリス (4 - ヨードフェ ニル) ペンゼン2.0g、カルパゾール2.9g、水酸化カ リウム2.9 g及び銅粉1.5 gをデカリン5mlと共に四つ ロフラスコに入れ、窒素雰囲気下、180℃で15時間 反応させた。

【0014】反応終了後、得られた反応混合物を室温ま 50

5

で冷却し、熱トルエンにて抽出した。この抽出液をシリカゲルクロマトグラフイーと再結晶法にて精製して、1,3,5-トリス(4-(N-カルパゾリル)フェニル)ペンゼン220咳(収率9.4%)を得た。

[0015]

元素分析(%)

H C N 計算値 4.90 89.86 5.24 実験値 4.92 89.68 5.20

質量分析

M/Z = 801

赤外線吸収スペクトル

図1に示す。

示差走查熱量測定 (DSC)

本発明による1,3,5-トリス〔4-(N-カルパゾリル)フェニル〕ペンゼンを融解させた後、冷却して固体

としたもののDSCサーモグラムを図2に示す。この化合物は、ガラス状態の試料を昇温していくと、172℃でガラス転移を示し、215℃で結晶化を生じ、その後、313℃で結晶転移をした後、346℃で融解する

6

【0016】この化合物は、ガラス転移点が約172℃であつて、非常に高いので、そのアモルフアス膜は、室温で極めて安定であつて、室温では、結晶化しない。

【図面の簡単な説明】

10 【図1】は、1,3,5-トリス〔4-(N-カルパゾリル)フェニル〕ベンゼンの赤外線吸収スペクトルを示す。

【図2】は、1,3,5-トリス [4-(N-)カルパゾリル)フェニル】ペンゼンのDSCサーモグラムを示す。

【図1】





